

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-018449

(43)Date of publication of application : 20.01.1995

(51)Int.Cl.

C23C 16/44  
H01L 21/205  
// C30B 25/14

(21)Application number : 05-164371

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 02.07.1993

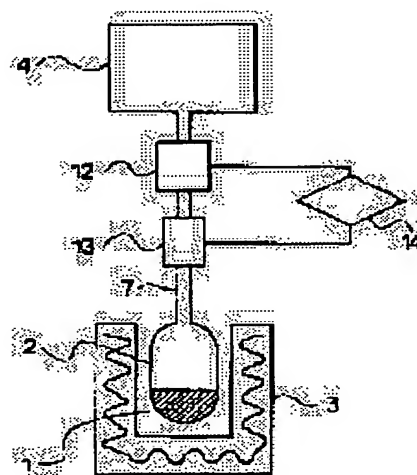
(72)Inventor : KANEBORI KEIICHI  
IMAGAWA KAZUSHIGE  
MITSUI YASUHIRO  
MIKI HIROSHI

## (54) DEVICE FOR GENERATING HIGH-TEMPERATURE GAS AT CONSTANT FLOW RATE AND PROCESS DEVICE

### (57)Abstract:

PURPOSE: To accurately control the amt. of a high-temp. gas generated and to supply the gas to a process vessel, etc., at a constant flow rate.

CONSTITUTION: The raw material 1 for a high-temp. gas is placed in a high-temp. gas source 2, a heater 3 is provided around the source 2, the source 2 and a process vessel 4 are connected by a feed pipe 7, a detector 12 for detecting the amt. of the high-temp. gas generated by the nondestructive inspection is furnished to the feed pipe 7, a high-temp. gas flow controller 13 is provided on the upstream side of the detector 12, and the controller 13 is controlled by a signal of the detector 12 through a control means 14. Consequently, the field where the process device utilizing the high-temp. gas is used is expanded, productivity is improved, and the performance of the production device using the raw material produced by the process device is drastically improved.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-18449

(43) 公開日 平成7年(1995)1月20日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 16/44	C			
H 0 1 L 21/205				
// C 3 0 B 25/14		9040-4G		

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平5-164371

(22) 出願日 平成5年(1993)7月2日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 兼堀 恵一

東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地

株式会社日立製作所中央研究所内

(72) 発明者 今川 一重

東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地

株式会社日立製作所中央研究所内

(72) 発明者 三井 泰裕

東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地

株式会社日立製作所中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 中村 純之助

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高温気体定流量発生装置およびプロセス装置

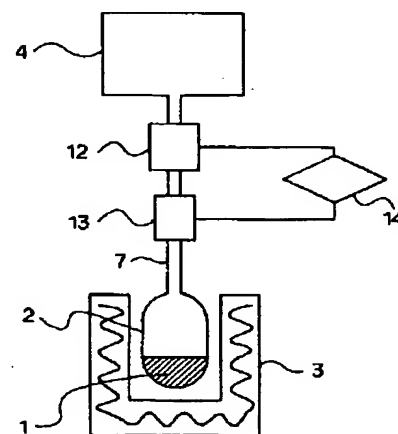
(57) 【要約】

【目的】 高温気体の発生量を正確に制御し、プロセス容器等の被供給部に一定量の流量を供給する。

【構成】 高温気体の原料1を高温気体発生源2に収め、高温気体発生源2の周囲にヒータ3を設け、高温気体発生源2とプロセス容器4とを供給管7によって接続し、供給管7に高温気体の発生量を非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器12を設け、供給管7の発生量検出器12の上流側に高温気体流量制御器13を設け、高温気体流量制御器13を発生量検出器12の信号により制御手段14を介して制御する。

【効果】 高温気体を利用するプロセス装置の使用可能分野の拡大、生産性の向上が達成され、またその結果プロセス装置により製造された原材料を用いて製造するデバイス、装置の性能も大幅に向上する。

図1



- 1...原料
- 2...高温気体発生源
- 4...プロセス容器
- 12...発生量検出器
- 13...高温気体流量制御器

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】高温気体発生源から被供給部に高温気体を供給する高温気体定流量発生装置において、上記高温気体の発生量を非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器の信号により制御することを特徴とする高温気体定流量発生装置。

【請求項2】圧力差を利用して高温気体発生源から被供給部に高温気体を供給する高温気体定流量発生装置において、上記高温気体の発生量を非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器と、上記高温気体発生源と上記被供給部との間に設けられかつ上記発生量検出器の信号により制御される高温気体流量制御器とを具備することを特徴とする高温気体定流量発生装置。

【請求項3】キャリアガスを利用して高温気体発生源から被供給部に高温気体を供給する高温気体定流量発生装置において、上記高温気体の発生量を非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器と、上記高温気体発生源と接続されたキャリアガス配管と、上記被供給部と接続された流量調節用ガス配管と、上記キャリアガス配管に設けられかつ上記発生量検出器の信号により制御されるキャリアガス流量制御器と、上記流量調節用ガス配管に設けられかつ上記発生量検出器の信号により制御される流量調節用ガス流量制御器とを具備することを特徴とする高温気体定流量発生装置。

【請求項4】上記発生量検出器として、上記高温気体の発生量を熱伝導率測定法、光吸収法または光発光法を用いて検出するものを使用したことを特徴とする請求項1、請求項2または請求項3に記載の高温気体定流量発生装置。

【請求項5】上記発生量検出器として、上記高温気体の発生量を光集束系、光多重反射系の少なくとも一方を備えた光吸収法または光発光法を用いて検出するものを使用したことを特徴とする請求項1、請求項2または請求項3に記載の高温気体定流量発生装置。

【請求項6】請求項1、請求項2、請求項3、請求項4または請求項5に記載の高温気体定流量発生装置を有することを特徴とするプロセス装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は高温気体定流量発生装置、高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置すなわち化学気相成長法による薄膜製造装置、厚膜製造装置、粉末製造装置、線材製造装置、標準濃度ガス製造装置、エッチング装置、重合体製造装置等のプロセス装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来の銅薄膜を作成するプロセス装置としては、金属銅を原料とする蒸着法ないし分子線エビタキシ法を用いた装置がある。しかしながら、これらの装置では、蒸発温度が約1000℃程度となるため、蒸

発機構の複雑化や短寿命が問題となっている。そこで、原料の蒸発温度が200℃前後の高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置すなわち化学気相成長法によるプロセス装置が提案されている。

【0003】化学気相成長法によるプロセス装置においては、用いる気体すなわち高温気体を一定流量に制御し、反応装置などのプロセス容器に導入する。この高温気体の発生装置すなわち高温気体定流量発生装置には、高温気体発生源とプロセス容器との圧力差を利用する高温気体定流量発生装置すなわち圧力差利用高温気体定流量発生装置と、キャリアガスと呼ばれるプロセス自体には関係しない気体を高温気体発生源に流通させる高温気体定流量発生装置すなわちキャリアガス利用高温気体定流量発生装置とがある。

【0004】図5は従来の圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。図に示すように、高温気体の原料1が高温気体発生源2に収められ、高温気体発生源2の周囲にヒータ3が設けられ、高温気体発生源2とプロセス容器4とが供給管7によって接続されている。

【0005】この高温気体定流量発生装置においては、予備実験によりヒータ3の温度と高温気体の発生量との関係を測定しておき、ヒータ3の温度を制御することにより高温気体の発生量を制御する。

【0006】図6は従来のキャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。図に示すように、キャリアガスポンプ37がキャリアガス配管36により高温気体発生源2に接続され、キャリアガス配管36にマスフローコントローラ8が設けられている。

【0007】この高温気体定流量発生装置においては、予備実験によりヒータ3の温度、キャリアガスの流量と高温気体の発生量との関係を測定しておき、ヒータ3の温度、キャリアガスの流量を制御することにより高温気体の発生量を制御する。

【0008】しかし、これらの高温気体定流量発生装置においては、温度一定では蒸発速度が一定であるという仮定が成立しなくなった場合には、原理的に高温気体の発生量が制御できなくなる。事実、固体からの昇華により高温気体を供給する場合には、温度一定では蒸発速度が一定であるという仮定が成立しなくなることがよく知られている。このため、高温気体の発生量を正確に制御することができない。

【0009】図7は従来の他の圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。図に示すように、供給管7に水晶振動子式膜厚測定器を有する発生量検出器5が設けられ、発生量検出器5の検出信号が制御手段6に入力され、制御手段6によってヒータ3が制御される。

【0010】この高温気体定流量発生装置においては、

高温気体の発生量に応じてヒータ3の温度を制御するから、高温気体の発生量を制御することができる。

【0011】図8は従来の他のキャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。図に示すように、供給管7に水晶振動子式膜厚測定器を有する発生量検出器9が設けられ、キャリアガス配管36にキャリアガス流量制御器10が設けられ、発生量検出器9の検出信号が制御手段11に輸入され、制御手段11によってキャリアガス流量制御器10が制御される。

【0012】この高温気体定流量発生装置においては、高温気体の発生量に応じてキャリアガスの流量を制御するから、高温気体の発生量を制御することができる。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】しかし、図7、図8に示した高温気体定流量発生装置、プロセス装置においては、水晶振動子式膜厚測定器を有する発生量検出器5、9によって高温気体の発生量を検出しており、検出時に水晶振動子に高温気体を析出させるから、検出時に高温気体の発生量が減少する。また、図7に示した高温気体定流量発生装置、プロセス装置においては、高温気体の発生量に応じてヒータ3の温度を制御するから、高温気体の発生量制御の応答性が遅いので、高温気体の発生量の制御を正確に行なうことができない。また、図8に示した高温気体定流量発生装置、プロセス装置においては、キャリアガスの流量を変化させた場合には、プロセス容器4に供給される全流量が変化するから、プロセス容器4に一定量の流量を供給することができない。

【0014】この発明は上述の課題を解決するために成されたもので、高温気体の発生量を正確に制御することができる高温気体定流量発生装置、高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置、被供給部に一定量の流量を供給することができるキャリアガス利用高温気体定流量発生装置、キャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を提供することを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するため、この発明においては、高温気体発生源から被供給部に高温気体を供給する高温気体定流量発生装置において、上記高温気体の発生量を非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器の信号により制御する。

【0016】また、圧力差を利用して高温気体発生源から被供給部に高温気体を供給する高温気体定流量発生装置において、上記高温気体の発生量を非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器と、上記高温気体発生源と上記被供給部との間に設けられかつ上記発生量検出器の信号により制御される高温気体流量制御器とを設ける。

【0017】また、キャリアガスを利用して高温気体発生源から被供給部に高温気体を供給する高温気体定流量発生装置において、上記高温気体の発生量を非破壊検出

法を用いて検出する発生量検出器と、上記高温気体発生源と接続されたキャリアガス配管と、上記被供給部と接続された流量調節用ガス配管と、上記キャリアガス配管に設けられかつ上記発生量検出器の信号により制御されるキャリアガス流量制御器と、上記流量調節用ガス配管に設けられかつ上記発生量検出器の信号により制御される流量調節用ガス流量制御器とを設ける。

【0018】これらの場合、上記発生量検出器として、上記高温気体の発生量を熱伝導率測定法、光吸収法または光発光法を用いて検出するものを使用する。

【0019】また、上記発生量検出器として、上記高温気体の発生量を光集束系、光多重反射系の少なくとも一方を備えた光吸収法または光発光法を用いて検出するものを使用する。

【0020】また、プロセス装置において、上記の高温気体定流量発生装置を設ける。

【0021】

【作用】この高温気体定流量発生装置、高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置においては、非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器により高温気体の発生量を検出するから、発生量検出器による検出時に高温気体の発生量が減少することがない。

【0022】また、圧力差利用高温気体定流量発生装置、圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置においては、高温気体発生源と被供給部との間に設けられた高温気体流量制御器により流量を制御するから、高温気体の発生量制御の応答性が速い。

【0023】また、キャリアガス利用高温気体定流量発生装置、キャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置においては、発生量検出器の信号によりキャリアガス流量制御器、流量調節用ガス流量制御器を制御するから、キャリアガス配管を流れるキャリアガスの流量を変化させた場合にも、キャリアガスの流量の変化に応じて流量調節用ガスの流量を変化させれば、被供給部に供給される全流量が変化しない。

【0024】

【実施例】図1はこの発明に係る圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。図に示すように、供給管7に高温気体の発生量を熱伝導率測定法、光吸収法、光発光法等の非破壊検出法すなわち高温気体の性質を変えずかつ高温気体の量を変化させない検出法を用いて検出する発生量検出器12が設けられ、発生量検出器12は耐熱部品で構成されている。供給管7の発生量検出器12の上流側には高温気体流量制御器13が設けられ、高温気体流量制御器13は発生量検出器12の信号により制御手段14を介して制御される。

【0025】この圧力差利用高温気体定流量発生装置、プロセス装置においては、非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器12により高温気体の発生量を検出する

から、発生量検出器12による検出時に高温気体の発生量が減少することがない。また、高温気体発生源2とプロセス容器4との間に設けられた高温気体流量制御器13により流量を制御するから、高温気体の発生量制御の応答性が速い。このため、高温気体の発生量を正確に制御することができる。

【0026】図2はこの発明に係る圧力差利用高温気体定流量発生装置を有する有機金属錯体原料分子線エビタキシ装置を示す概略図である。図に示すように、図1に示した定流量発生装置に高真空容器15が接続され、高真空容器15に真空ポンプ（図示せず）と接続された排気管16が設けられ、高真空容器15に水素源、水蒸気源（図示せず）と接続された導入管17、18が設けられ、高真空容器15にヒータ19が設けられ、ヒータ19の近傍に基板20が設けられている。

【0027】つぎに、図2に示した有機金属錯体原料分子線エビタキシ装置により銅薄膜を形成する場合について説明する。まず、ヒータ19により基板20を400℃に保温するとともに、高真空容器15内部の供給管7の先端を200℃に保温する。この状態で、高真空容器15に高温気体定流量発生装置からジビバロイルメタン-銅 ( $\text{Cu}(\text{C}_{11}\text{H}_9\text{O}_2)_2$ ) を導入するとともに、導入管17、18から反応ガスに用いる水素と水蒸気とを導入する。この場合、高温気体発生源2の温度を原料の熱分解が生ずることがなくかつ蒸気圧が十分高くなる160℃とし、高温バルブからなる高温気体流量制御器13の開放度を制御して、 $\text{Cu}(\text{C}_{11}\text{H}_9\text{O}_2)_2$ の発生量を1cc/分とする。また、水素の導入量を20cc/分、水蒸気の導入量を1cc/分とする。すると、基板20に銅薄膜が形成される。得られた銅薄膜の20℃における比抵抗は $2 \times 10 \mu\text{m}^2 \cdot \text{ohm} \cdot \text{cm}$ で、銅の物性値としての比抵抗とほぼ一致した。この装置では銅の原料であるジビバロイルメタン-銅、水素、水蒸気の導入速度を定常的に制御可能であるから、膜形成の再現性は十分高い。

【0028】図3はこの発明に係るキャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。図に示すように、キャリアガスボンベ37がキャリアガス配管21により高温気体発生源2に接続され、キャリアガス配管21にキャリアガス流量制御器38が設けられ、キャリアガスボンベ37が流量調整用ガス配管22により供給管7に接続され、流量調整用ガス配管22に流量調整用ガス流量制御器23が設けられ、供給管7に高温気体の発生量を熱伝導率測定法、光吸収法、光発光法等の非破壊検出法すなわち高温気体の性質を変えずかつ高温気体の量を変化させない検出法を用いて検出する発生量検出器24が設けられ、発生量検出器24は耐熱部品で構成され、キャリアガス流量制御器38、流量調整用ガス流量制御器23は発生量検出器24の信号により制御手段25を介して制御される。

【0029】この高温気体定流量発生装置、プロセス装置においては、非破壊検出法を用いて検出する発生量検出器24により高温気体の発生量を検出するから、発生量検出器24による検出時に高温気体の発生量が減少することがないので、高温気体の発生量を正確に制御することができる。また、発生量検出器24の信号によりキャリアガス流量制御器38、流量調整用ガス流量制御器23を制御するから、キャリアガス配管21を流れるキャリアガスの流量を変化させた場合にも、キャリアガス配管21を流れるキャリアガスの流量の変化に対応して流量調整用ガス配管22を流れる流量調整用ガスの流量を変化させれば、プロセス容器4に供給される全流量が変化しないから、プロセス容器4に一定量の流量を供給することができる。

【0030】図4はこの発明に係るキャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有する化学気相成長法装置を示す概略図である。図に示すように、図3に示した構成のキャリアガス利用高温気体定流量発生装置26~28の供給管7が反応管29に接続され、反応管29に真空ポンプ（図示せず）と接続された排気管30が設けられ、酸素源（図示せず）と接続された酸素ガス配管31が導入口33を介して反応管29に接続され、酸素ガス配管31にマスフローコントローラ32が設けられ、反応管29の周囲にヒータ34が設けられ、反応管29内に基板35が設けられている。

【0031】つぎに、図4に示した化学気相成長法装置により酸化物超電導体 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ の薄膜を成長させる場合について説明する。まず、キャリアガス利用高温気体定流量発生装置26~28の部品と配管およびキャリアガス利用高温気体定流量発生装置26~28から反応管29までの部品と配管の温度を280℃とし、またヒータ34により酸化マグネシウム ( $\text{MgO}$ ) からなる基板35の温度を700℃にする。そして、キャリアガス利用高温気体定流量発生装置26~28の原料にはトリス-ジビバロイルメタナート-イットリウム ( $\text{Y}(\text{DPM})_3$ )、ビス-ジビバロイルメタナート-バリウム ( $\text{Ba}(\text{DPM})_2$ )、ビス-ジビバロイルメタナート-銅 ( $\text{Cu}(\text{DPM})_2$ ) を用い、 $\text{Y}(\text{DPM})_3$ の高温気体発生源温度を120℃とし、 $\text{Ba}(\text{DPM})_2$ の高温気体発生源温度を240℃とし、 $\text{Cu}(\text{DPM})_2$ の高温気体発生源温度を130℃とし、キャリアガスには各原料ともHeを用い、キャリアガスと流量調整用ガスとの合計流量を50  $\text{cm}^3/\text{分}$ とし、キャリアガスの流量、流量調整用ガスの流量を $\text{Y}(\text{DPM})_3$ で22~28  $\text{cm}^3/\text{分}$ 、 $\text{Ba}(\text{DPM})_2$ で14~36  $\text{cm}^3/\text{分}$ 、 $\text{Cu}(\text{DPM})_2$ で19~31  $\text{cm}^3/\text{分}$ とする。また、マスフローコントローラ32により酸素ガスの流量を100  $\text{cm}^3/\text{分}$ とし、酸素ガスを280℃に予備加熱して反応管29に導入する。すると、基板35上に酸化物超電導体 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ の薄膜が成長する。なお、反応後のガス

は排気管30から排気される。

【0032】上記装置により成長させた $YBa_2Cu_3O_x$ の薄膜は、臨界温度約90K、77Kでの臨界電流約 $10^4 A/cm^2$ と高い超電導特性を示し、かつ膜成長を1日8時間づつ6ヶ月間継続しても変化は認められなかった。なお、膜成長を継続するにともなってキャリアガスと流量調整用ガスとの流量比が変化し、高温気体発生源の温度を一定としておいても原料の蒸発速度が変化していることが確かめられた。また、気相成長中に原料の蒸発速度が変化したとしても、高温気体の発生量を正確に制御することができ、しかも反応管29に供給される全流量を一定にすることができ、膜の組成制御を正確に行なうことができ、酸化物超電導体薄膜成長の安定性を大幅に向上することができ、酸化物超電導体薄膜を用いて製造する超電導量子磁束干渉素子の性能と安定性を大幅に改善できる。

【0033】つぎに、図4に示した化学気相成長法装置により次世代のシリコン半導体メモリのキャパシタ膜として期待されている強誘電体 $Pb(Zr, Ti)O_3$ の薄膜を成長させる場合について説明する。まず、キャリアガス利用高温気体定流量発生装置26～28の部品と配管およびキャリアガス利用高温気体定流量発生装置26～28から反応管29までの部品と配管の温度を260℃とし、またヒータ34により熱酸化シリコンの上に白金を成長させた基板35の温度を550℃にする。そして、キャリアガス利用高温気体定流量発生装置26～28の原料にはビスージビパロイルメタナートー鉛( $Pb(DPM)_2$ )、テトラージビパロイルメタナートージルコニウム( $Zr(DPM)_4$ )、ビスージビパロイルメタナートービスクロロチタン( $Ti(DPM)_2Cl_2$ )を用い、 $Pb(DPM)_2$ の高温気体発生源温度を150℃とし、 $Zr(DPM)_4$ の高温気体発生源温度を170℃とし、 $Ti(DPM)_2Cl_2$ の高温気体発生源温度を180℃とし、キャリアガスには各原料ともHeを用い、キャリアガスと流量調整用ガスとの合計流量を50 $cm^3$ /分とし、キャリアガスの流量、流量調整用ガスの流量を $Pb(DPM)_2$ で27～23 $cm^3$ /分、 $Zr(DPM)_4$ で23～27 $cm^3$ /分、 $Ti(DPM)_2Cl_2$ で19～31 $cm^3$ /分とする。また、水蒸気を0.5%添加した酸素ガスを260℃に予備加熱して反応管29に導入し、マスフローコントローラ32により酸素ガスの流量を100 $cm^3$ /分とする。すると、基板35上に強誘電体 $Pb(Zr, Ti)O_3$ の薄膜が成長する。なお、反応後のガスは排気管30から排気される。

【0034】上記装置により $Pb(Zr, Ti)O_3$ の薄膜の成長を100回繰返し、それぞれの比誘電率を測定したところ、 $800 \pm 50$ と高い値で優れた再現性を示した。この結果を組成制御性で評価すると、組成制御性は±3%の範囲に納められたことになる。また、キャリアガスと流量調整用ガスとの流量比は成長を繰り返す

にともなって変化し、高温気体発生源を一定温度としておいても発生量が変化していることが確認された。すなわち、この発明を用いなければ膜特性の再現性が低下することがわかった。以上のように、この発明によれば、次世代シリコン半導体メモリの重要な要素部分となる高誘電率の薄膜を化学気相成長法により再現性よく成長できることになる。化学気相成長法は段差の被覆性に優れるという特長をも有しており、この発明は次世代シリコン半導体メモリの生産に重要な技術となる。

【0035】なお、上述実施例においては、化学気相成長法により薄膜を成長させたが、基板温度を高くし、または成長速度を速くするなど、成長条件を制御することにより、厚膜や粉体を成長することが可能であり、成長させる形状を線状として線材を製造することも可能である。また、図2、図4に示した装置は高温気体が金属ハロゲン化物のようなエッチング剤でも取り扱うことは可能であり、この場合には高性能のエッチング装置として機能し、また高温気体が重合体の原料であれば、重合体製造装置となる。また、高温気体濃度が所定濃度の混合気体を供給できるから、高性能の標準濃度ガス製造装置を製造することも可能となる。

【0036】また、図3に示した装置で発生量検出器に熱伝導率測定法を用いる場合、高温気体とキャリアガスとの混合ガスの熱伝導率のみを測定して発生量を制御することも可能であるが、キャリアガスの熱伝導率を測定し、高温気体を含む混合ガスとの差を検出する方法を用いれば、熱伝導率変化の感度が向上し、制御性を一層向上することができる。また、発生量検出器に吸収分光法や発光分光法を用いた場合は、光集束系や多重反射系を用いることにより感度が向上し、流量制御の制御性が向上する。

【0037】また、図3に示した装置では、流量調節用ガスとしてキャリアガスと同一のガスを用いたが、流量調節用ガスとしてキャリアガスとは別種のガスを用いてもよい。また、図3に示した装置では、流量調整用ガス配管22を供給管7に接続したが、流量調整用ガス配管をプロセス容器4に接続してもよい。

【0038】また、高温気体の発生量の経時変化を測定することにより、高温気体定流量発生装置の状態をモニターすることが可能となり、たとえば一定温度での高温気体の発生量が減少して、流量制御器の動作限界に近づいた場合や、キャリアガス流量が大幅に増加した場合には、もとの流出抵抗やキャリアガス流量に戻すことができるように、高温気体発生源の温度を上げるというような高温気体発生源の状態制御も可能となる。

【0039】また、以上の例は高温気体が一種類の場合の例であるが、高温気体が複数となる場合にも適用可能である。

【0040】

【発明の効果】以上説明したように、この発明に係る高



温気体定流量発生装置、高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置においては、発生量検出器による検出時に高温気体の発生量が減少することがないから、高温気体の発生量を正確に制御することができる。

【0041】この発明に係る圧力差利用高温気体定流量発生装置、圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置においては、高温気体の発生量制御の応答性が速いから、高温気体の発生量を正確に制御することができる。

【0042】また、この発明に係る圧力差利用高温気体定流量発生装置、圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置においては、キャリアガス配管を流れるキャリアガスの流量を変化させた場合にも、被供給部に供給される全流量が変化しないから、被供給部に一定量の流量を供給することができる。

【0043】このように、高温気体の発生量の制御性が大幅に向上され、これにより化学気相成長法による薄膜、厚膜、粉末、線材製造装置、標準濃度ガス製造装置、エッチング装置、重合体製造装置等の高温気体を利用するプロセス装置の使用可能分野の拡大、生産性の向上が達成される。また、その結果これらのプロセス装置により製造された原材料を用いて製造するデバイス、装置の性能も大幅に向上するという効果も得られる。そしてとくに、酸化物超電導体や強誘電体など特性が組成に敏感で高度の組成制御性を必要とする材料の化学気相成長法にこの発明の効果は顕著である。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明に係る圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。

【図2】この発明に係る圧力差利用高温気体定流量発生 \* 30

\* 装置を有する有機金属錯体原料分子線エビタキシー装置を示す概略図である。

【図3】この発明に係るキャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。

【図4】この発明に係るキャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有する化学気相成長法装置を示す概略図である。

【図5】従来の圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。

【図6】従来のキャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。

【図7】従来の他の圧力差利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。

【図8】従来の他のキャリアガス利用高温気体定流量発生装置を有するプロセス装置を示す概略図である。

【符号の説明】

2…高温気体発生源

4…プロセス容器

12…発生量検出器

13…高温気体流量制御器

15…高真空容器

21…キャリアガス配管

22…流量調整用ガス配管

23…流量調整用ガス流量制御器

24…発生量検出器

26…キャリアガス利用高温気体定流量発生装置

27…キャリアガス利用高温気体定流量発生装置

28…キャリアガス利用高温気体定流量発生装置

29…反応管

38…キャリアガス流量制御器

【図4】

【図5】

【図7】

図4

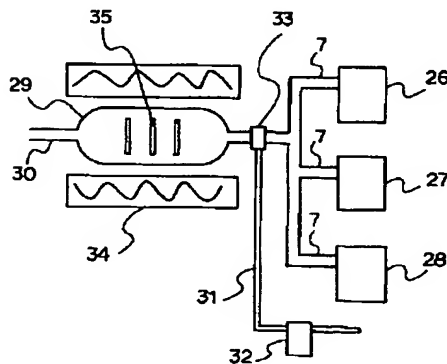


図5

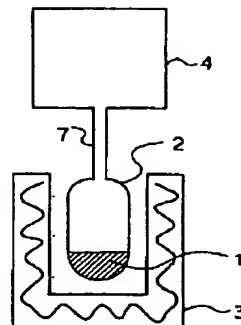
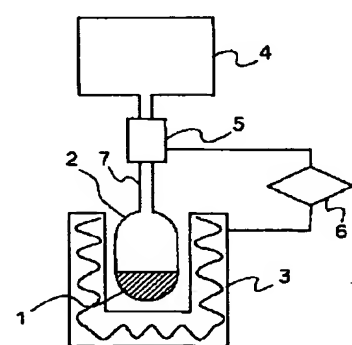


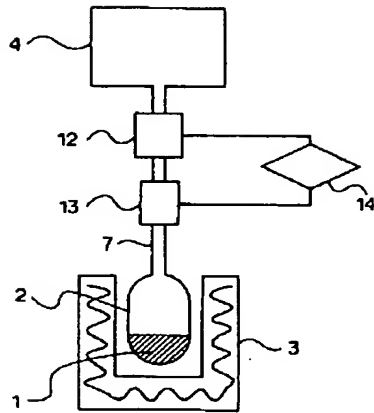
図7



26…キャリアガス利用高温気体定流量発生装置  
27…キャリアガス利用高温気体定流量発生装置  
28…キャリアガス利用高温気体定流量発生装置  
29…反応管

【図1】

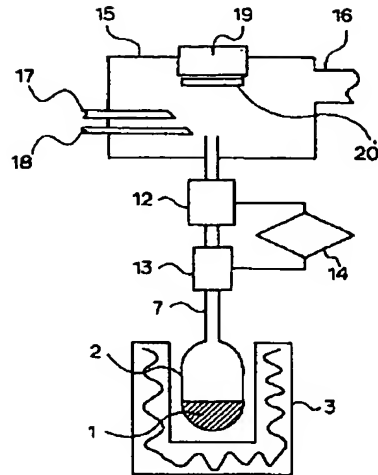
図1



- 1…原料  
2…高温気体発生源  
4…プロセス容器  
12…発生量検出器  
13…高温気体流量制御器

【図2】

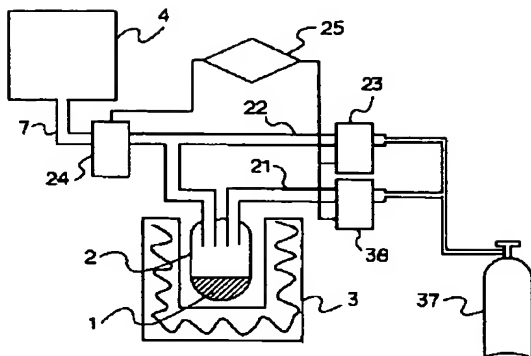
図2



- 1…原料  
2…高温気体発生源  
12…発生量検出器  
13…高温気体流量制御器  
15…真空容器

【図3】

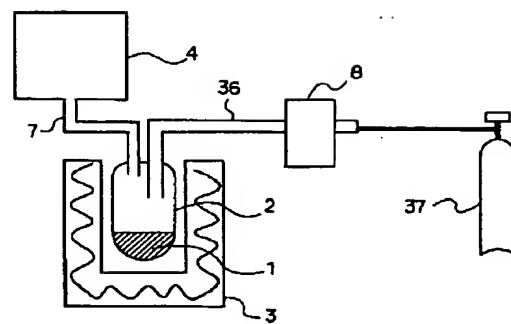
図3



- 1…原料  
2…高温気体発生源  
4…プロセス容器  
21…キャリアガス配管  
22…流量調整用ガス配管  
23…流量調整用ガス流量制御器  
24…発生量検出器  
38…キャリアガス流量制御器

【図6】

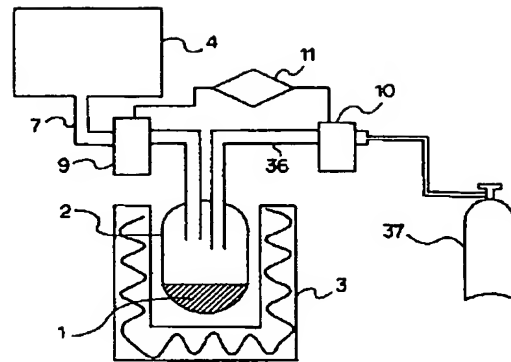
図6





【図8】

図8



---

フロントページの続き

(72)発明者 三木 浩史  
東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地  
株式会社日立製作所中央研究所内